

PREPARATION METHOD OF SOLID FINE PARTICULATE AND ITS APPARATUS

Patent number: JP2004059802
Publication date: 2004-02-26
Inventor: HIGUCHI TOSHIRO; TORII TORU; NISHISAKO TAKASHI
Applicant: JAPAN SCIENCE & TECH CORP
Classification:
- **International:** C08F2/12; C08F2/12; (IPC1-7): C08F2/12
- **European:**
Application number: JP20020221794 20020730
Priority number(s): JP20020221794 20020730

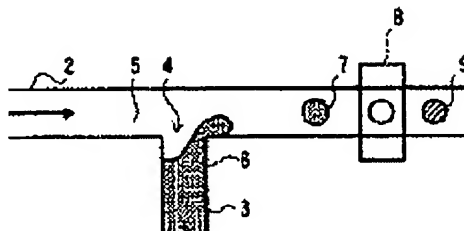
Report a data error here

Abstract of JP2004059802

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a preparation method of solid fine particulates which gives the particulates by solidifying the generated fine droplets (fine particulates), as well as to provide an apparatus therefor.

SOLUTION: The solid fine particulate 9 is obtained by feeding a raw material fluid which is to make a solid fine particulate that is the dispersed phase 6 into a continuous phase 5, generating a fine droplet 7, providing this fine droplet 7 with an external action by the solidifying apparatus 8, and solidifying the above fine droplets 7.

COPYRIGHT: (C)2004,JPO



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-59802

(P2004-59802A)

(43) 公開日 平成16年2月26日(2004.2.26)

(51) Int. Cl.⁷

C08F 2/12

F1

C08F 2/12

テーマコード(参考)

4J011

審査請求 有 請求項の数 8 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2002-221794(P2002-221794)
(22) 出願日 平成14年7月30日(2002.7.30)(71) 出願人 396020800
科学技術振興事業団
埼玉県川口市本町4丁目1番8号
(74) 代理人 100089635
弁理士 清水 守
(72) 発明者 樋口 俊郎
神奈川県横浜市都筑区荏田東3-4-26
(72) 発明者 島居 徹
東京都杉並区荻窪4-18-18
(72) 発明者 西迫 貴志
東京都台東区池之端2-3-19-801
エステイヴァン池之端
Fターム(参考) 4J011 AA08 BA08 BB09 JB08 KA01
KB08 KB26 QA09

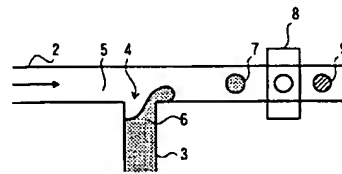
(54) 【発明の名称】 固体微粒子の製造方法およびその装置

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 生成された微小液滴(微粒子)を固体化して得られる固体微粒子の製造方法およびその装置を提供する。

【解決手段】 連続相5中に、分散相6である固体微粒子となる原料液を送り込み、微小液滴7を生成し、この微小液滴7に固化装置8により外部からの作用を施し、前記微小液滴7を固化して固体微粒子9を得る。

【選択図】 図2



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

連続相中に、分散相である固体微粒子となる原料液を送り込み、微小液滴を生成し、該微小液滴に外部からの作用を施し、前記微小液滴を固化することを特徴とする固体微粒子の製造方法。

【請求項 2】

請求項 1 記載の固体微粒子の製造方法において、前記外部からの作用が光照射であることを特徴とする固体微粒子の製造方法。

【請求項 3】

請求項 1 記載の固体微粒子の製造方法において、前記外部からの作用が加熱であることを特徴とする固体微粒子の製造方法。 10

【請求項 4】

請求項 1 記載の固体微粒子の製造方法において、前記外部からの作用が冷却であることを特徴とする固体微粒子の製造方法。

【請求項 5】

(a) 連続相中に、分散相である固体微粒子となる原料液を送り込み、微小液滴を生成させる手段と、

(b) 前記微小液滴に外部からの作用を施し、前記微小液滴を固化する手段とを具備することを特徴とする固体微粒子の製造装置。

【請求項 6】

請求項 5 記載の固体微粒子の製造装置において、前記外部からの作用を与える光照射手段を備えることを特徴とする固体微粒子の製造装置。 20

【請求項 7】

請求項 5 記載の固体微粒子の製造装置において、前記外部からの作用を与える加熱手段を備えることを特徴とする固体微粒子の製造装置。

【請求項 8】

請求項 5 記載の固体微粒子の製造装置において、前記外部からの作用を与える冷却手段を備えることを特徴とする固体微粒子の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、固体微粒子の製造方法およびその装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

従来から、例えばプラスチックの微粒子生成法はあったが、10～500 μm 相当の任意粒径のものを高精度で、しかも効率よく製造することは困難であった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

本願発明者らは、水、油等の液体中において微小液滴を迅速、かつ的確に製造する方法およびその装置を、既に特願 2001-288624 号として提案している。 40

【0004】

本発明は、更なる研究を進めて、上記によって生成された微小液滴（微粒子）を固体化して得られる固体微粒子の製造方法およびその装置を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明は、上記目的を達成するために、

(1) 固体微粒子の製造方法において、連続相中に、分散相である固体微粒子となる原料液を送り込み、微小液滴を生成し、この微小液滴に外部からの作用を施し、前記微小液滴を固化することを特徴とする。

【0006】

〔２〕上記〔１〕記載の固体微粒子の製造方法において、前記外部からの作用が光照射であることを特徴とする。

【０００７】

〔３〕上記〔１〕記載の固体微粒子の製造方法において、前記外部からの作用が加熱であることを特徴とする。

【０００８】

〔４〕上記〔１〕記載の固体微粒子の製造方法において、前記外部からの作用が冷却であることを特徴とする。

【０００９】

〔５〕固体微粒子の製造装置において、連続相中に、分散相である固体微粒子となる原料液を送り込み、微小液滴を生成させる手段と、この微小液滴に外部からの作用を施し、前記微小液滴を固化する手段とを具備することを特徴とする。 10

【００１０】

〔６〕上記〔５〕記載の固体微粒子の製造装置において、前記外部からの作用を与える光照射手段を備えることを特徴とする。

【００１１】

〔７〕上記〔５〕記載の固体微粒子の製造装置において、前記外部からの作用を与える加熱手段を備えることを特徴とする。

【００１２】

〔８〕上記〔５〕記載の固体微粒子の製造装置において、前記外部からの作用を与える冷却手段を備えることを特徴とする。 20

【００１３】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について詳細に説明する。

【００１４】

図１は本発明の概要を示す固体微粒子の生成装置を示す平面図、図２はその模式図、図３はその装置によってポリビニルアルコール水溶液中に生成されるスチレンモノマー微小液滴の生成工程を示す図である。

【００１５】

これらの図において、１は微小液滴の生成装置の本体、２はその本体１に形成された、連続相が流れるマイクロチャンネル、３はそのマイクロチャンネル２に交差する向きに形成される分散相供給チャンネル、４は分散相供給口、５は連続相、６は分散相、７は微小液滴、８はその微小液滴（微粒子）７に作用して固化させるための固化装置、９は固体微粒子である。なお、マイクロチャンネルの材質は、例えば石英ガラスである。 30

【００１６】

そこで、マイクロチャンネル２中を流れる連続相５に対し、分散相６を、図２に示すように連続相５の流れに交差する向きで供給し、連続相５が分散相供給口４に一部入り込むことにより、分散相供給チャンネル３の幅より径の小さい微小液滴（微粒子）７が生成される。

【００１７】

図３には、連続相としてポリビニルアルコール水溶液中にスチレンモノマー微小液滴７を生成する様子が示されている。なお、図３（ａ）は基準となる時間、図３（ｂ）は基準から３／４５００秒経過時、図３（ｃ）は基準から６／４５００秒経過時を示している。なお、連続相の平均流速は０．５５６ｍ／ｓ、分散相の平均流速は０．００９ｍ／ｓである。 40

【００１８】

この微小液滴（微粒子）７に外部から固化装置８を作用させて、固体微粒子９を生成することができる。

【００１９】

図４は本発明の第１実施例を示す固体微粒子の生成装置を示す模式図である。 50

【0020】

この実施例においては、図2に示した固化装置8として光照射装置10を配置し、その光照射装置10からの紫外光11などの光照射によって微小液滴（微粒子）7を固化して、固体微粒子9を得ることができる。

【0021】

例えば、連続相としてポリビニルアルコール水溶液（2%）、分散相としてスチレンモノマー（和光純薬製）を用い、下記の表1のような条件で微小液滴の生成を行い、紫外線を20分照射して固体微粒子の生成を行った。

【0022】

【表1】

10

	平均流速	チャンネル幅(深さは100 μ m)
連続相	0.556m/s	200 μ m
分散相	0.002m/s	150 μ m

その結果、図5に示すように、直径44.3 μ mのサイズの固体微粒子を生成することができた。

【0023】

20

図6は本発明の第2実施例を示す固体微粒子の生成装置を示す模式図である。

【0024】

この実施例においては、図2に示した固化装置8として、ヒータ板12を配置して加熱によって微小液滴（微粒子）7を固化して、固体微粒子9を得ることができる。この例ではマイクロチャンネルを大きくした部分にヒータ板12を配置して、微小液滴（微粒子）7を固化するのが望ましい。

【0025】

一例を挙げると、連続相としてポリビニルアルコール水溶液（2%）、分散相としてスチレンモノマー（和光純薬製）・重合開始剤の過酸化ベンゾイルを用いて、下記の表2のような条件で微小液滴の生成を行い、温度条件を75℃、4時間重合させ、固体微粒子の生成を行った。

30

【0026】

【表2】

	平均流速	チャンネル幅(深さは100 μ m)
連続相	0.556m/s	200 μ m
分散相	0.002m/s	150 μ m

40

その結果、図7に示すように、直径33.8 μ mのサイズの固体微粒子を生成することができた。

【0027】

図8は本発明の第3実施例を示す固体微粒子の生成装置を示す模式図である。

【0028】

この実施例においては、図2に示した固化装置8として、冷却装置13を配置して冷却によって微小液滴（微粒子）7を固化して、固体微粒子9を得ることができる。例えば、連続相としてシリコンオイル（50cS）、分散相としてポリエチレングリコール（分子量1000）溶液を用いることにより、ポリエチレングリコール液滴を冷却により固化させることができた。

50

【0029】

このように、本発明は、連続相中に、分散相である固体微粒子となる原料液を送り込み、微小液滴を生成し、その微小液滴に紫外光などの光照射や加熱又は冷却を施して固化させ固体微粒子を形成するようにしたため、簡単な構成により固体微粒子を得ることができる。

【0030】

図9は本発明の第4実施例を示す固体微粒子の生成装置を示す平面図、図10はその模式図である。

【0031】

これらの図において、21は微小液滴（微粒子）の生成装置の本体、22は第1のマイクロチャンネル、23は第2のマイクロチャンネル、24は第1の連続相、25は第2の連続相、26は第1の連続相24と第2の連続相25との合流ポイント、27は分散相供給チャンネル、28は分散相、29は微小液滴（微粒子）、31は微小液滴（微粒子）29の固化装置、32は固体微粒子である。

【0032】

マイクロチャンネル22、23中を流れる連続相24、25の合流ポイント26で、図7に示すように連続相24、25の流れに交差するように分散相28を送り出して微小液滴（微粒子）29を生成させることができる。

【0033】

このようにして生成される微小液滴（微粒子）29を、固化装置31、例えば、前記第1～第3実施例で示した光照射、加熱又は冷却などにより固化させて、固体微粒子32を形成することができる。

【0034】

また、生成した微粒子を固化させるため、光（紫外光、可視光、赤外光）による重合促進、熱による促進、冷却による固化、連続相に含まれる試薬による重合促進などを行わせることができる。

【0035】

なお、本発明は上記実施例に限定されるものではなく、本発明の趣旨に基づいて種々の変形が可能であり、これらを本発明の範囲から排除するものではない。

【0036】

【発明の効果】

以上、詳細に説明したように、本発明によれば、以下に示すような効果を奏することができる。

【0037】

(A) 簡単な構成で、微小液滴（微粒子）を固体微粒子化することができる。

【0038】

(B) 分散相が連続相に合流する分岐点で微小液滴が生成され、それに紫外光などの光照射や加熱工程や冷却工程を施して固体微粒子を形成することができ、システム内に容易に構築することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の概要を示す固体微粒子の生成装置を示す平面図である。

【図2】本発明の概要を示す固体微粒子の生成装置を示す模式図である。

【図3】本発明にかかる連続相としてポリビニルアルコール水溶液中にスチレンモノマー微小液滴を生成する工程を示す図である。

【図4】本発明の第1実施例を示す固体微粒子の生成装置を示す模式図である。

【図5】本発明の第1実施例を示すポリビニルアルコール水溶液中にスチレンモノマー微小液滴を示す図である。

【図6】本発明の第2実施例を示す固体微粒子の生成装置を示す模式図である。

【図7】本発明の第2実施例を示すポリビニルアルコール水溶液中に生成されたスチレンモノマー微小液滴を示す図である。

10

20

30

40

50

【図 8】本発明の第 3 実施例を示す固体微粒子の生成装置を示す模式図である。

【図 9】本発明の第 4 実施例を示す固体微粒子の生成装置を示す平面図である。

【図 10】本発明の第 4 実施例を示す固体微粒子の生成装置を示す模式図である。

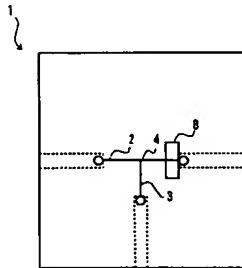
【符号の説明】

- 1. 2 1 微小液滴（粒子）の生成装置の本体
- 2 連続相が流れるマイクロチャンネル
- 3 分散相供給チャンネル
- 4 分散相供給口
- 5 連続相（例えば、ポリビニルアルコール水溶液）
- 6 分散相（例えば、スチレンモノマー）
- 7. 2 9 微小液滴（微粒子）
- 8. 3 1 固化装置
- 9. 3 2 固体微粒子
- 1 0 光照射装置
- 1 1 紫外光
- 1 2 ヒータ板
- 1 3 冷却装置
- 2 2 第 1 のマイクロチャンネル
- 2 3 第 2 のマイクロチャンネル
- 2 4 第 1 の連続相
- 2 5 第 2 の連続相
- 2 6 第 1 の連続相と第 2 の連続相との合流ポイント
- 2 7 分散相供給チャンネル
- 2 8 分散相

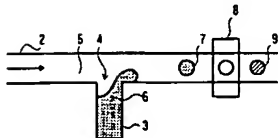
10

20

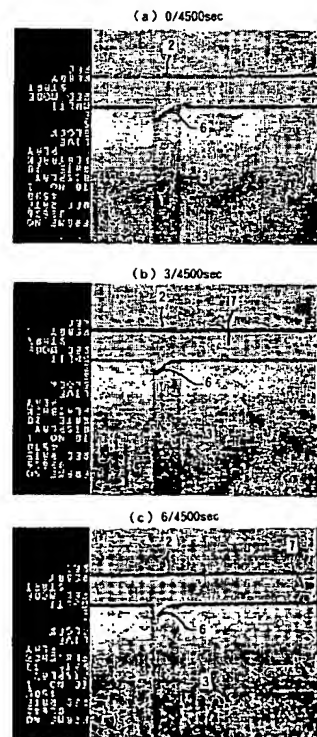
【図 1】



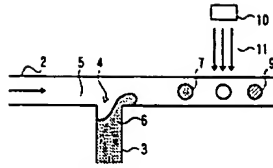
【図 2】



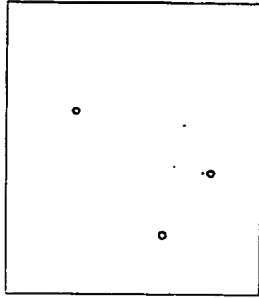
【図 3】



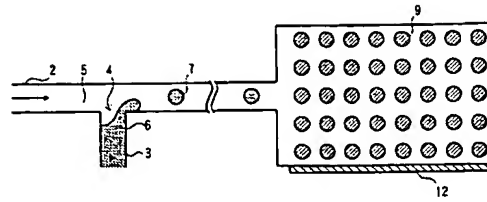
【図 4】



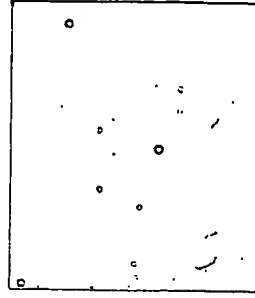
【図 5】



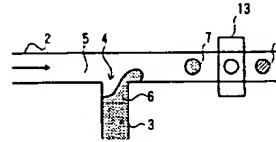
【図 6】



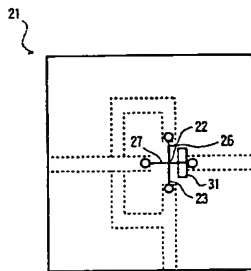
【図 7】



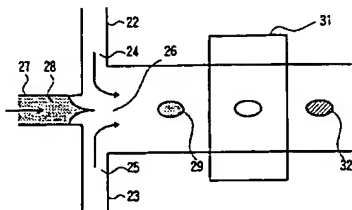
【図 8】



【図 9】



【図 10】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.